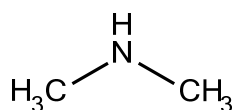


ジメチルアミン
Dimethyl amine (DMA)
トリメチルアミン
Trimethyl amine (TMA)

【対象物質の構造】

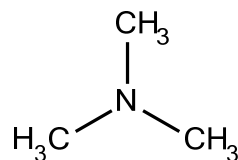
ジメチルアミン



CAS 番号：124-40-3

分子式：C₂H₇N

トリメチルアミン



CAS 番号：75-50-3

分子式：C₃H₉N

【物理化学的性状】

項目	ジメチルアミン	トリメチルアミン
分子量	45.08	59.11
モノアイソトピック質量	45.0577	59.0733
沸点	7°C ¹⁾	2.87°C ¹⁾
比重	0.68 (0°C/4°C) ¹⁾	0.67 (0°C/4°C) ¹⁾
蒸気圧	1520 mmHg (20°C) ²⁾	187 kPa (20°C) ²⁾
溶解性	水： 354 g/100 ml ³⁾ 低級アルコール、エーテルによく溶ける ⁴⁾	水： 890 g/L ³⁾ アルコールと混和する。 エーテル、ベンゼン、トルエン、キシレン、クロロホルムに可溶 ⁴⁾
log P _{ow}	-0.2 (計算値) ³⁾	0.16 (計算値) ⁵⁾
pKa	10.77	9.796

【毒性、用途】

〔毒性〕

ジメチルアミン ：ラット（経気道）LC₅₀：4540ppm（6 時間）⁶⁾

ラット（経口）LD₅₀：698 mg/kg⁶⁾
トリメチルアミン：ラット（経気道）LCLo：3500ppm（4 時間）⁴⁾
マウス（静脈内注射）LD₅₀：90 mg/kg⁴⁾

〔用途〕

ジメチルアミン：DMF・ゴム薬品・農薬・医薬原料，酸性ガス吸収剤^{7,8)}
トリメチルアミン：塩化コリン原料，逆性石けん・イオン交換樹脂原料，
医薬・農薬・カチオン活性剤原料⁸⁾

出典：

- 1) Budavari, S.,(Ed), The Merck Index Ver.12:2
- 2) Carl L..Yaws: Handbook of Chemical Compound Data for Process Safty, Gulf Publishing Company
- 3) International Chemical Safety Cards ICSC0260
- 4) 神奈川県化学物質安全情報提供システム (kis-net)
- 5) Lide, D.R,(ed), CRC Handbook of Chemistry and Physics 88th Edition
- 6) 環境省：化学物質ファクトシート（2008 年度版）(2010)
- 7) SRI：CHEMICAL ECONOMICS HANDBOOK
- 8) 化学工業日報社

§1 分析法

(1) 分析法の概要

水質試料にサロゲート物質を添加した後、水酸化ナトリウムで塩基性にする。インピンジャーを用いたパージ&トラップ装置にセットし、加温及び窒素ガスを流すことにより、対象物質を揮発させ、硝酸溶液中に捕集し、その溶液を LC/MS-SIM (ESI+)で定量する。

(2) 試薬・器具

【試薬】（注 1）

ジメチルアミン塩酸塩	： 関東化学製（純度 95.0%）
トリメチルアミン塩酸塩	： 関東化学製（純度 98.0%）
ジメチル-d ₆ -アミン塩酸塩	： CDN 製 (99.9atom%D)
トリメチル-d ₉ -アミン塩酸塩	： CDN 製 (99.9atom%D)
精製水	： Milli-Q 水

ギ酸	: 和光純薬工業製、LC/MS 用
ギ酸アンモニウム(1 mol/L)	: 和光純薬工業製、LC 用
アセトニトリル	: 和光純薬工業製、LC/MS 用
水酸化ナトリウム	: 和光純薬工業製、特級
塩酸	: 和光純薬工業製、特級
高純度窒素	: 純度 99.9995%

【試薬の調製】

1 mol/L 塩酸：塩酸 8.3 mL に精製水を加え、100 mL に定容する。

【標準液の調製】

〔標準液〕

ジメチルアミン塩酸塩 90.4 mg を正確に量り取り、精製水 50 mL に溶解し 1000 mg/L のジメチルアミン標準原液とする。

トリメチルアミン塩酸塩 80.8 mg を正確に量り取り、精製水 50 mL に溶解し 1000 mg/L のトリメチルアミン標準原液とする。

ジメチルアミン標準原液及びトリメチルアミン標準原液をそれぞれ 100 μ L 及び 300 μ L 分取し、100 mL 容のメスフラスコに加え、精製水で 100 mL に定容する(ジメチルアミン 1000 ng/mL 及びトリメチルアミン 3000 ng/mL 混合標準液)。

〔サロゲート標準液〕

ジメチル- d_6 -アミン塩酸塩 85.7 mg を正確に量り取り、精製水 50 mL に溶解し 1000 mg/L のジメチル- d_6 -アミン標準原液とする。

トリメチル- d_9 -アミン塩酸塩 76.7 mg を正確に量り取り、精製水 50 mL に溶解し 1000 mg/L のトリメチル- d_9 -アミン標準原液とする。

ジメチル- d_6 -アミン標準原液及びトリメチル- d_9 -アミン標準原液をそれぞれ 100 μ L 分取し、100 mL 容のメスフラスコに加え、精製水で 100 mL に定容する(ジメチル- d_6 -アミン及びトリメチル- d_9 -アミン各 1000 ng/mL 混合サロゲート標準液)。

〔検量線用標準液〕

ジメチルアミン 1000 ng/mL 及びトリメチルアミン 3000 ng/mL の混合標準液を 0.3%ギ酸で順次希釈し、ジメチルアミンとして 3.00 ng/mL から 300 ng/mL、トリメチルアミンとして 9.00 ng/mL から 900 ng/mL の検量線用標準液を作成する。各濃度の検量線用標準液にはサロゲートとして、ジメチル- d_6 -アミン及びトリメチル- d_9 -アミン各 1000 ng/mL サロゲート混合標準液を 10.0 ng/mL の濃度になる

ように添加する。

【器具】

インピンジャー・テフロン製 (60 mL) (注 1) : サンプラテック製
テフロンチューブ
流量調節器 : 0.5 L/min を制御できるもの
インピンジャーを用いたパージ&トラップ装置 : 図 1 に示す。

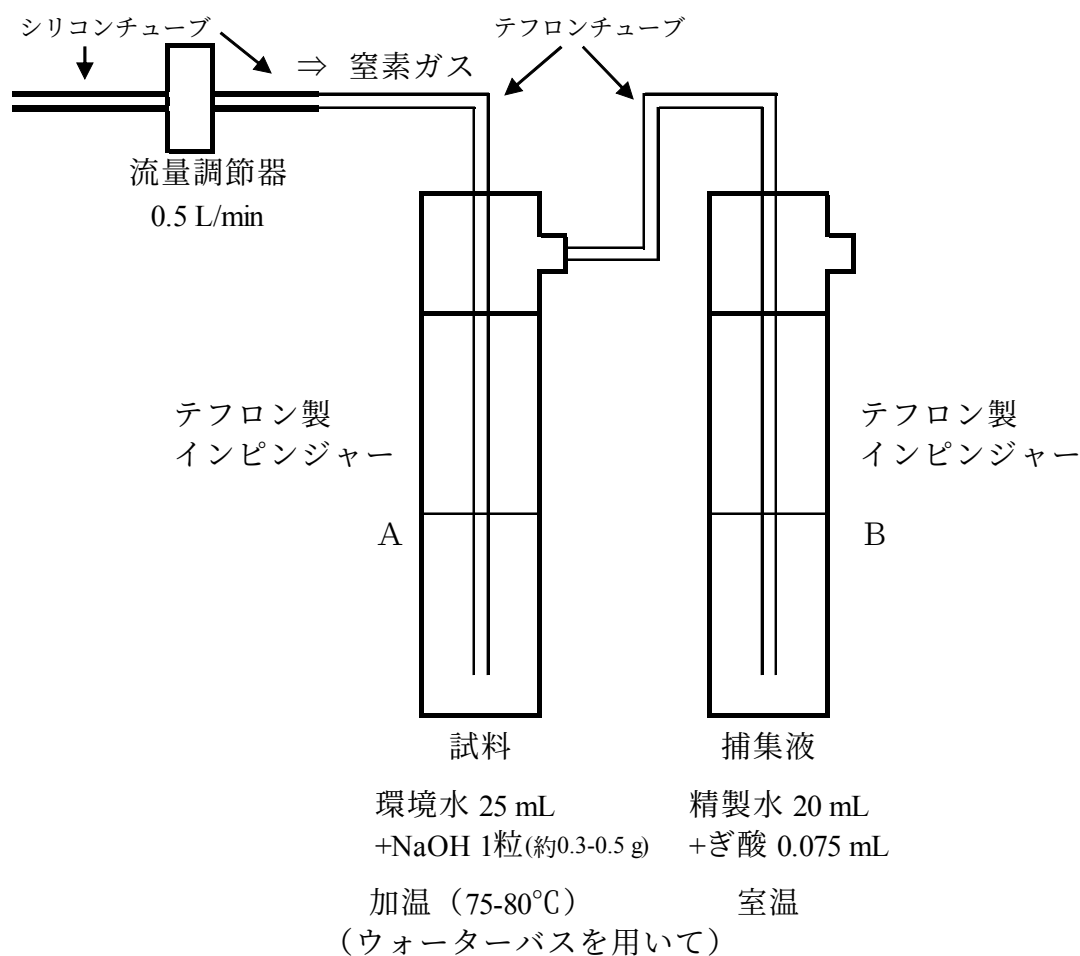


図 1 インピンジャーを用いたパージ&トラップ装置

(3) 分析法

【試料の採取及び保存】

環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従う。試料はポリ製容器(注 2)に採取後、速やかに試験操作を行う。速やかに行えない場合は、水質試料は 100 mL につき 1 mol/L 塩酸を 0.5 mL 加え、冷暗所に保存する。

(注 3)。

【試料の前処理及び試験液の調製】

水質試料 25 mL (注 4) をインピンジャーA に分取し、サロゲートとしてジメチル- d_6 -アミン及びトリメチル- d_9 -アミン各 1000 ng/mL サロゲート混合標準液を 0.25 mL 添加した後、水酸化ナトリウムを 1 粒 (0.3-0.5 g) 加える (注 5)。インピンジャーB には精製水 20 mL を入れ、ぎ酸 0.075 mL を加える。図 1 に示したように接続し、あらかじめ、75-80°C に加温させておいたウォーターバスにインピンジャーA を浸し、インピンジャーB は室温のまま、窒素ガス(注 6)を 0.5 L/min の流量で 30 分間通気する。その後、インピンジャーB 内の溶液に精製水を加え、25 mL に定容したものを試験液とする。

【空試験液の調製】

水質試料の代わりに精製水を用いて、【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って操作し、得られた試験液を空試験液とする。

【測定】

〔LC/MS 測定条件〕 (注 2)、(注 7)、(注 8)、(注 9)

LC/MS 機器 : Waters 2695/ Quattro micro API

LC

LC 機種 : Waters 2695

カラム : Merck 製 ZIC pHILIC 150 mm × 2.1 mm, 5 μ m

移動相 : A: 100 mmol/L ぎ酸アンモニウム溶液、B: アセトニトリル、C: 精製水

0 → 10 min A : B : C = 5 : 60 : 35

10 → 15 min A : B : C = 100 : 0 : 0

15 → 25 min A : B : C = 5 : 60 : 35

step gradient

流量 : 0.2 mL/min

カラム温度 : 40°C

注入量 : 10 μ L

MS

MS 機種 : Waters Quattro micro API

キャピラリー電圧 : 0.8 kV

ソース温度 : 120°C

デゾルベーション温度 : 300°C

コーンガス量	: 50 L/Hr	
デゾルベーション流量	: 350 L/Hr	
イオン化法	: ESI-Positive	
測定モード	: SIM	
モニターイオン	: ジメチルアミン	: m/z 46.0
	: ジメチル-d ₆ -アミン	: m/z 52.0
	: トリメチルアミン	: m/z 60.0
	: トリメチル-d ₉ -アミン	: m/z 69.0
コーン電圧	: 35 V	
ソルベント ディレー	: 0-3.5 min、11-25 min	

〔検量線〕

検量線用標準液 10 μL を LC/MS に注入し、得られた標準物質のピーク面積とサロゲート物質のピーク面積の比から検量線を作成する。

〔定量〕

試験液 10 μL を LC/MS に注入し、対象物質とサロゲート物質の面積比から、ジメチルアミン及びトリメチルアミンの検出量を求める。

〔濃度の算出〕

試料水中濃度 C (μg/L) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q/V$$

R : 検量線から求めたサロゲート物質濃度に対する対象物質濃度の比

Q : 試料中に添加したサロゲート物質の量 (ng)

(= 添加するサロゲート物質の濃度 (ng/μL) × 添加するサロゲート物質の容量 (μL))

V : 試料水量 (mL)

本分析法に従った場合、以下の数値を使用する。

$$Q = 250 \text{ (ng)}$$

(= 添加するサロゲート物質の濃度 (1.00 ng/μL) × 添加するサロゲート物質の容量 (250 μL))

$$V = 25 \text{ (mL)}$$

即ち、

$$C = R \times 10 \text{ (μg/L)}$$

である。

〔装置検出下限値 (IDL)〕

本分析に用いた LC/MS の IDL を表 1 に示す (注 10)。

表 1 IDL の算出結果

物質名	IDL (ng/mL)	試料量 (L)	最終液量 (mL)	IDL試料換算値 (μg/L)
ジメチルアミン	0.74	0.0250	25	0.74
トリメチルアミン	1.1	0.0250	25	1.1

〔測定方法における検出下限値 (MDL) 及び定量下限値 (MQL)〕

本測定方法における MDL 及び MQL を表 2 に示す (注 11)。

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料	試料量 (L)	最終液量 (mL)	MDL (μg/L)	MQL (μg/L)
ジメチルアミン	海水	0.0250	25	0.75	1.9
トリメチルアミン	海水	0.0250	25	1.2	3.2

注 解

- (注 1) インピンジャーには、あらかじめ 20 mL と 25 mL の容量のところに印をつけておくと便利である。
- (注 2) ジメチルアミンはガラスに吸着する傾向にあるので、試料保存容器はポリ製のものを用い、LC/MS 用バイアルはポリプロピレン製のものを用いる。
- (注 3) 塩酸を加えないで冷暗所保存した場合、ジメチルアミン、トリメチルアミン濃度が減少、または増加する場合がある。通常の河川水、海水では、100 mL につき 1 mol/L 塩酸を 0.5 mL 加えると、pH 2～3 になる。
- (注 4) 本試験法では試料を 25 mL 使用することとしているが、SS 分が多い場合などで 25 mL では試料の均一性に問題がある場合には、100 mL 以上の試料をメンブランフィルター (Millipore 製、Millex-LG) などですろ過後、そのろ液のうち、25 mL を試験に用いる。
- (注 5) 水酸化ナトリウム濃度は 0.5 mol/L 程度となる。窒素通気中に配管につ

まりが生じるなど万一圧力が上がり、インピンジャーが外れ、液が飛び散ることの危険性も考えられることから、窒素ガス通気中はつまりが生じていないかなど、慎重に確認すると共に、万一のことを考えて、保護眼鏡を使用するなどの注意が必要である。

- (注 6) 窒素ガスによる BL 値上昇が見られる可能性がある場合には、窒素ガスのラインに Waters 製 Oasis WCX Plus などの固相を接続し、精製することができる。純度 99.9995% 高純度窒素を用いた場合には通例、BL 値の上昇は見られない。
- (注 7) 本試験法の LC/MS 分析で用いたカラム、Merck 製 ZIC pHILIC は感度が安定するのに時間がかかる。標準液を連続注入し、感度が安定するのを確認してから、必要な LC/MS 分析を行う。なお、このカラムは両性イオン基を有しており、安定な保持のために 100 mmol/L という比較的高濃度のギ酸アンモニウム溶液を流すことは、カラムに蓄積し易い物質の蓄積を防ぐねらいがある。もし、この濃度のギ酸アンモニウム溶液を流すことにより、MS のイオン化室等に汚れが生じたり、再現性が悪化したりした場合には、10 mmol/L 程度の濃度に変更して LC/MS 分析をすることを推奨する。その場合はカラムに蓄積した物質のため、カラム圧の上昇や選択性の変化が生じることがあるので、カラムの取扱説明書を参考に高濃度(500 mmol/L) 塩化ナトリウム溶液で時々カラムの洗浄(再生)を行う必要があると考えられる。また、特に今回の 100 mmol/L ギ酸アンモニウム溶液のような高濃度の塩を用いる場合には、塩に共存する不溶性の不純物の影響により、インラインフィルターなどに詰まりが生じる可能性があるため、【試薬】に記載したように市販溶液を用いるか、作成した高濃度溶液をガラス繊維ろ紙(例 Whatman 製 GF/F)等でろ過したものをを用いると良い。
- (注 8) LC/MS の条件は、本測定に使用した機種 (Waters Quattro micro API) 特有のものである。
- (注 9) LC/MS の機種によっては 3 液グラジエントができないものがあるので、2 液グラジエントの条件例を記す。

2 液グラジエント条件の例

A: 12.5 mmol/L ギ酸アンモニウム、B: アセトニトリル

0 → 10 min A : B = 40 : 60

10 → 15 min A : B = 100 : 0

15 → 25 min A : B = 40 : 60

(注 10) IDL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従って、表 3 のとおり算出した。また、図 2 に IDL 測定のためのクロマトグラムを示した。

表 3 IDL の算出結果 (Waters Quattro micro API)

物質名	ジメチルアミン	トリメチルアミン
試料量 (L)	0.025	0.025
最終液量 (mL)	25	25
注入液濃度 (ng/mL)	3.00	9.00
装置注入量 (μL)	10.0	10.0
結果 1 (ng/mL)	2.44	9.47
結果 2 (ng/mL)	2.68	9.13
結果 3 (ng/mL)	2.88	8.95
結果 4 (ng/mL)	2.87	9.26
結果 5 (ng/mL)	2.99	9.39
結果 6 (ng/mL)	2.59	9.27
結果 7 (ng/mL)	2.75	8.65
平均値 (ng/mL)	2.743	9.160
標準偏差 (ng/mL)	0.1894	0.2817
IDL (ng/mL)*	0.74	1.1
IDL 試料換算値 (μg/L)	0.74	1.1
S/N 比	8.7	12
CV (%)	6.9	3.1

*: $IDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

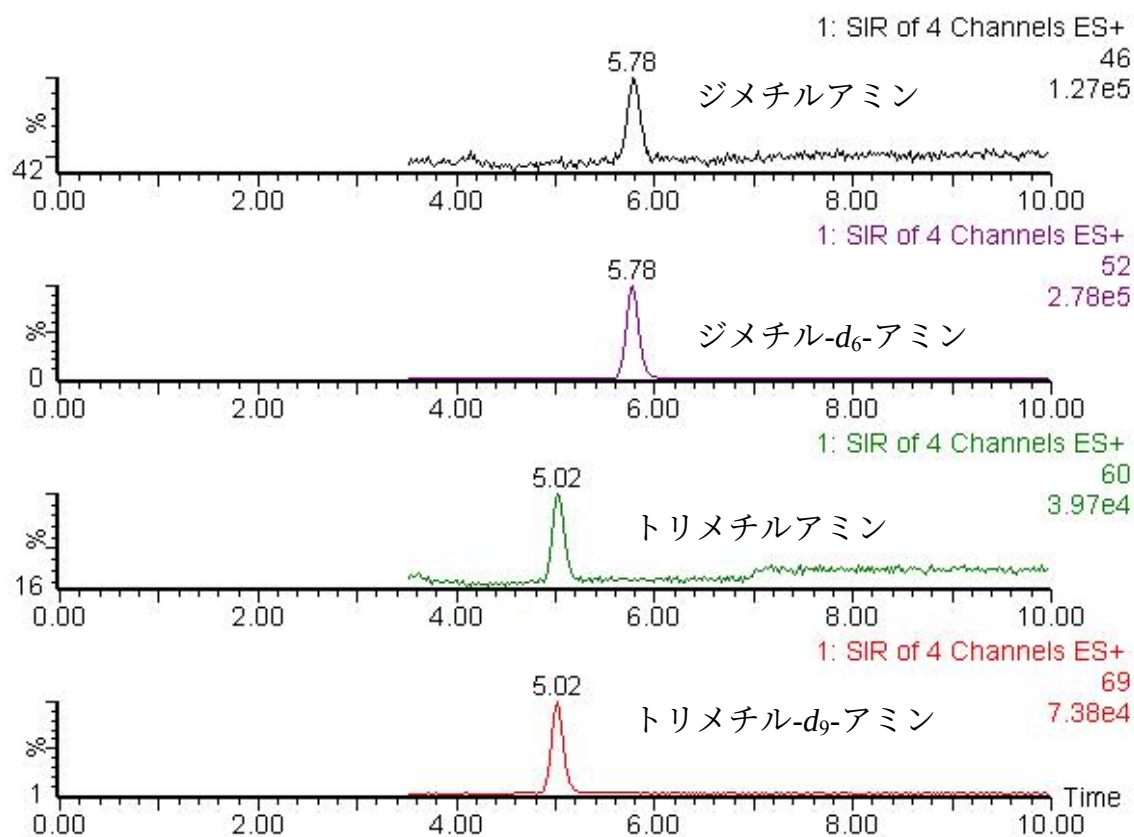


図2 IDL 測定時のクロマトグラム (SIM)

(注入量 : ジメチルアミン 30.0 pg、トリメチルアミン 90.0 pg)

(注 11) MDL 及び MQL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従って、表 4 のとおり算出した。また、図 3 に MDL 測定時のクロマトグラムを示した。

表 4 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	ジメチルア ミン	トリメチル アミン	サロゲート 回収率	
			ジメチ ル- d_6 -アミン	トリメチ ル- d_9 -アミン
試料	海水	海水	-	-
試料量 (L)	0.025	0.025	-	-
標準添加量 (μg)	0.100	0.300	-	-
試料換算濃度 (μg/L)	4.00	12.0	-	-
最終液量 (mL)	25	25	-	-
注入液濃度 (ng/mL)	4.00	12.0	-	-
装置注入量 (μL)	10.0	10.0	-	-
操作ブランク平均 (μg/L) ^{*1}	0.75 >	1.2 >	81.1	101.3 %
無添加平均 (μg/L) ^{*2}	0.75 >	1.2 >	90.8	101.4 %
結果 1 (μg/L)	4.01	11.8	87	97 %
結果 2 (μg/L)	3.57	11.9	93	109 %
結果 3 (μg/L)	4.07	12.4	86	96 %
結果 4 (μg/L)	3.79	12.1	94	106 %
結果 5 (μg/L)	3.83	12.2	88	95 %
結果 6 (μg/L)	3.90	11.8	94	107 %
結果 7 (μg/L)	4.14	11.4	87	96 %
平均値 (μg/L)	3.901	11.94	89.7	100.9 %
標準偏差 (μg/L)	0.1934	0.3174	3.6	6.1 %
MDL (μg/L) ^{*3}	0.75	1.2		
MQL (μg/L) ^{*4}	1.9	3.2		
S/N 比	8.3	16		
CV (%)	5.0	2.7	4.0	6.0 %

*1 操作ブランク平均: 試料マトリクスのみがない状態で他は同様の操作を行い測定した値の
平均値 (n = 2)

*2 無添加平均: MDL 算出用試料に標準を添加していない状態で含まれる濃度の平均値
(n = 2)

*3 $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

*4 $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

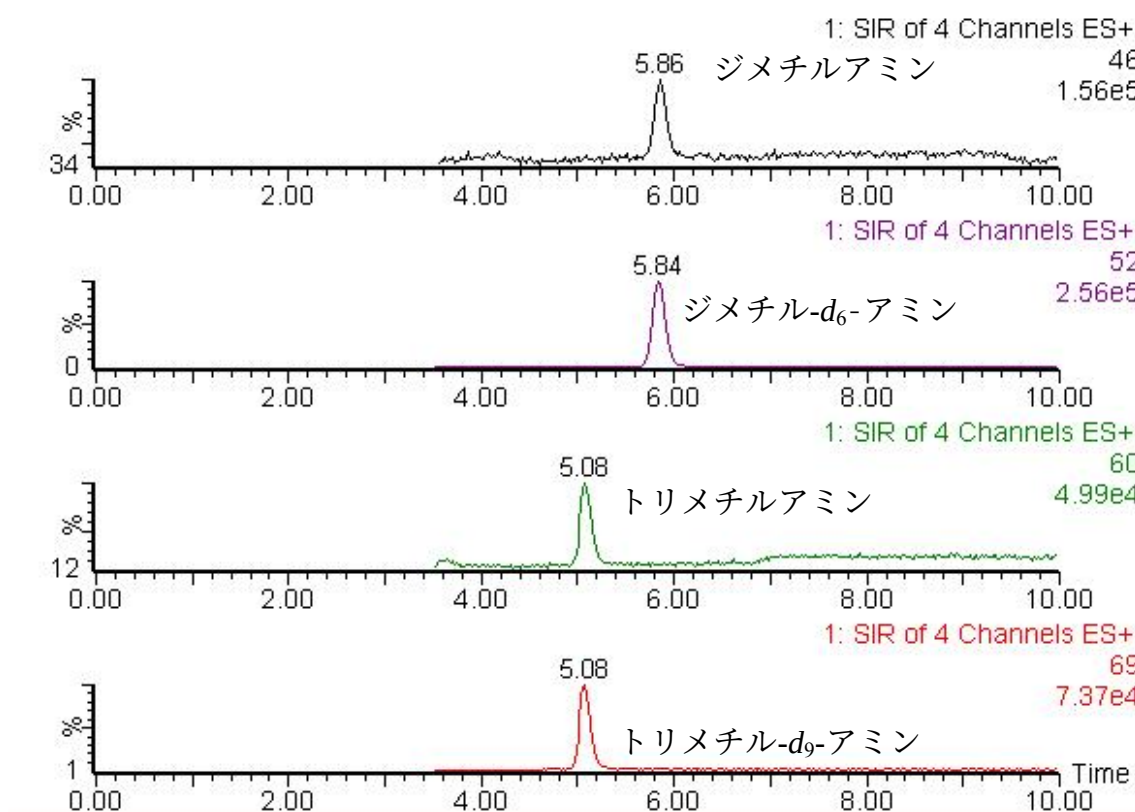


図3 MDL 試験試料のクロマトグラム

§2 解 説

〔フローチャート〕

分析法のフローチャートを図4に示した。

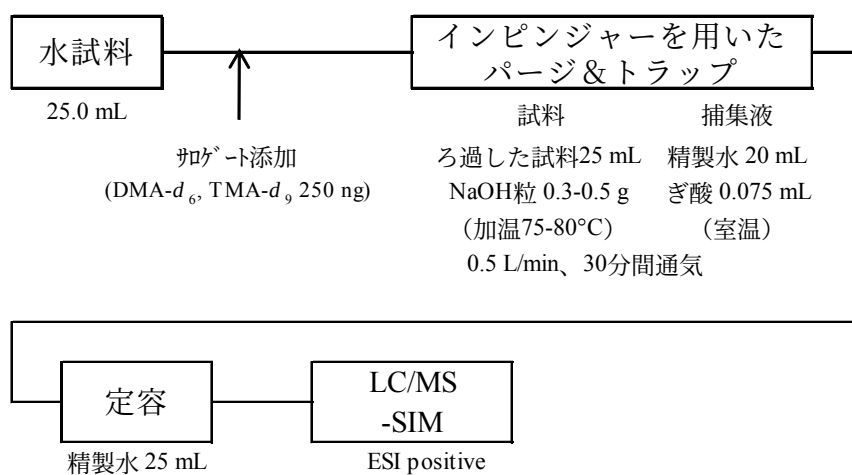


図4 分析法のフローチャート

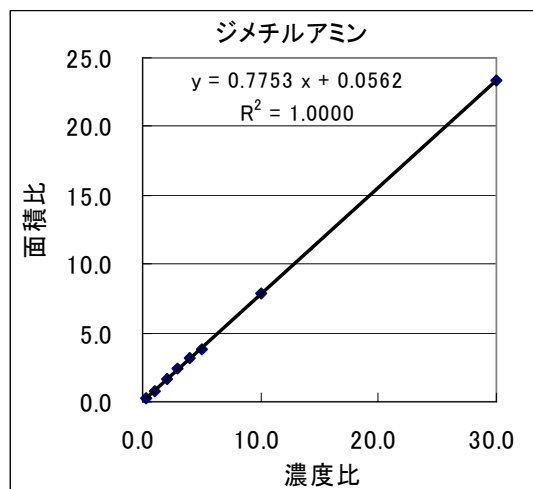
〔検量線〕

標準液を 0.3% ぎ酸で適宜希釈し、ジメチルアミンについては 3.00 ng/mL～300 ng/mL、トリメチルアミンについては 9.00 ng/mL～900 ng/mL の検量線用標準液を作成する。各検量線用標準液 10 μ L を LC/MS に注入し、得られた標準物質のピーク面積とサロゲート物質のピーク面積の比と濃度の比から検量線を作成する。

表 5 検量線作成用データ (ジメチルアミン)

濃度比	標準液濃度 (Cs) (ng/mL)	応答値		応答比 (As/Ais)
		対象物質 (As)	サロゲート物質 (Ais)	
		(m/z = 46.0)	(m/z = 52.0)*	
0.00	0.00	0	37810	0.00
0.30	3.00	10816	41080	0.26
1.00	10.0	35114	44146	0.80
2.00	20.0	75301	44977	1.67
3.00	30.0	108371	44792	2.42
4.00	40.0	142283	44548	3.19
5.00	50.0	176373	45896	3.84
10.0	100	333895	42698	7.82
30.0	300	877515	37637	23.32

*: サロゲート物質濃度: 10 ng/mL



濃度 (ng/mL) → (100) (200) (300)

図 5 検量線 (ジメチルアミン)

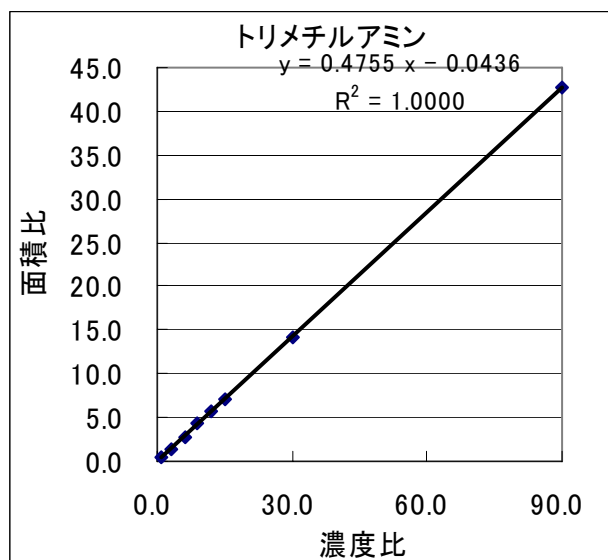
サロゲート物質 10.0 ng/mL

対象物質濃度範囲 3.00 ～ 300 ng/mL

表 6 検量線作成用データ(トリメチルアミン)

濃度比	標準液濃度 (Cs) (ng/mL)	応答値		応答比 (As/Ais)
		対象物質 (As)	サロゲート物質 (Ais)	
		(m/z = 60.0)	(m/z = 69.0)*	
0.00	0.00	0	9172	0.00
0.90	9.00	4532	9856	0.46
3.00	30.0	15848	11297	1.40
6.00	60.0	32212	11448	2.81
9.00	90.0	48209	11382	4.24
12.0	120	64115	11329	5.66
15.0	150	80700	11485	7.03
30.0	300	157968	11159	14.16
90.0	900	467219	10921	42.78

: サロゲート物質濃度: 10 ng/mL



濃度 (ng/mL) → (300) (600) (900)

図 6 検量線 (トリメチルアミン)

サロゲート物質 10.0 ng/mL

対象物質濃度範囲 9.00 ~ 900 ng/mL

〔マススペクトル〕

ジメチルアミン及びトリメチルアミンの検量線用標準液のマススペクトルを図6に示す。

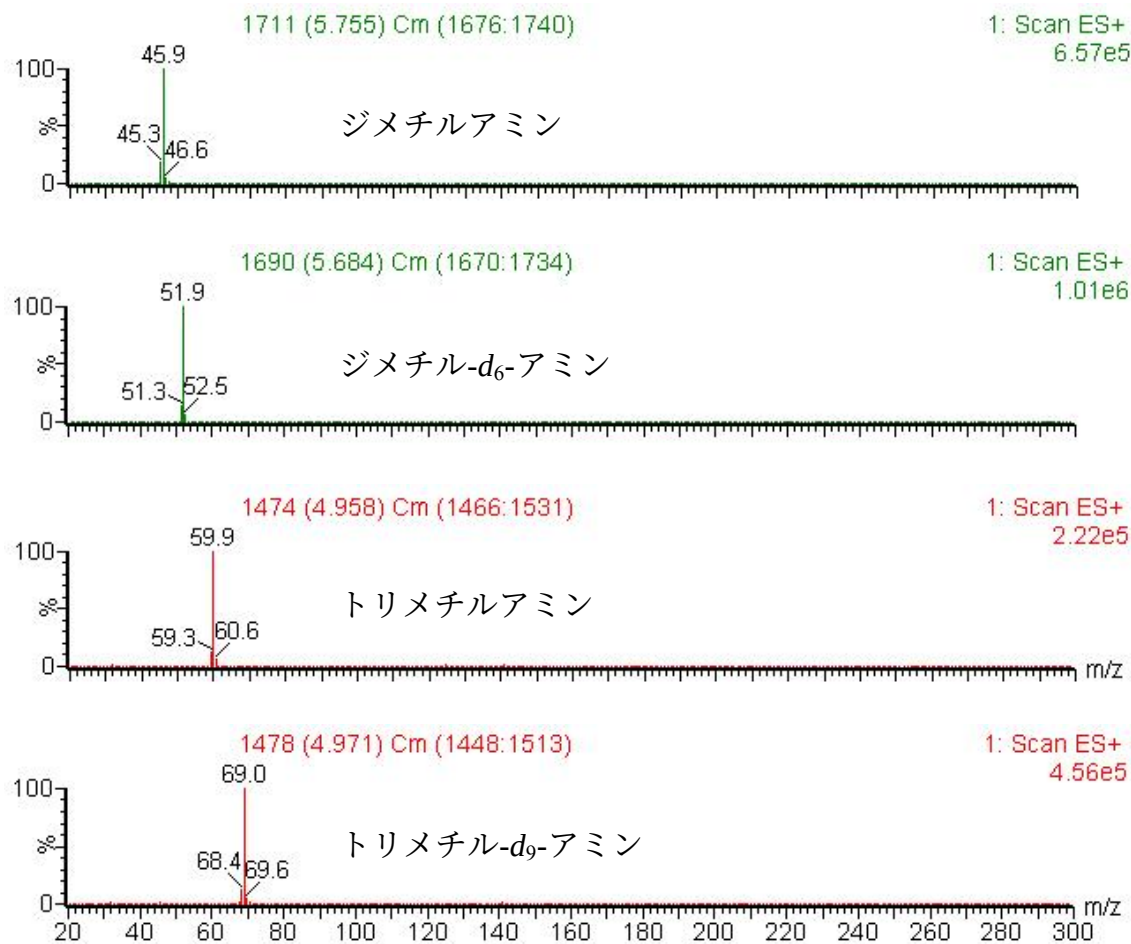


図7 ジメチルアミン、ジメチル-d₆-アミン、トリメチルアミン
及びトリメチル-d₉-アミンのマススペクトル

〔操作ブランク試験〕

操作ブランク試験結果を表 7、クロマトグラムを図 8 に示す。ジメチルアミン及びトリメチルアミン共にピークは生じなかった。

表 7 操作ブランク試験結果

物質名	試験数	検出濃度 (μg/L)
ジメチルアミン	2	0.75 未満
トリメチルアミン	2	1.2 未満

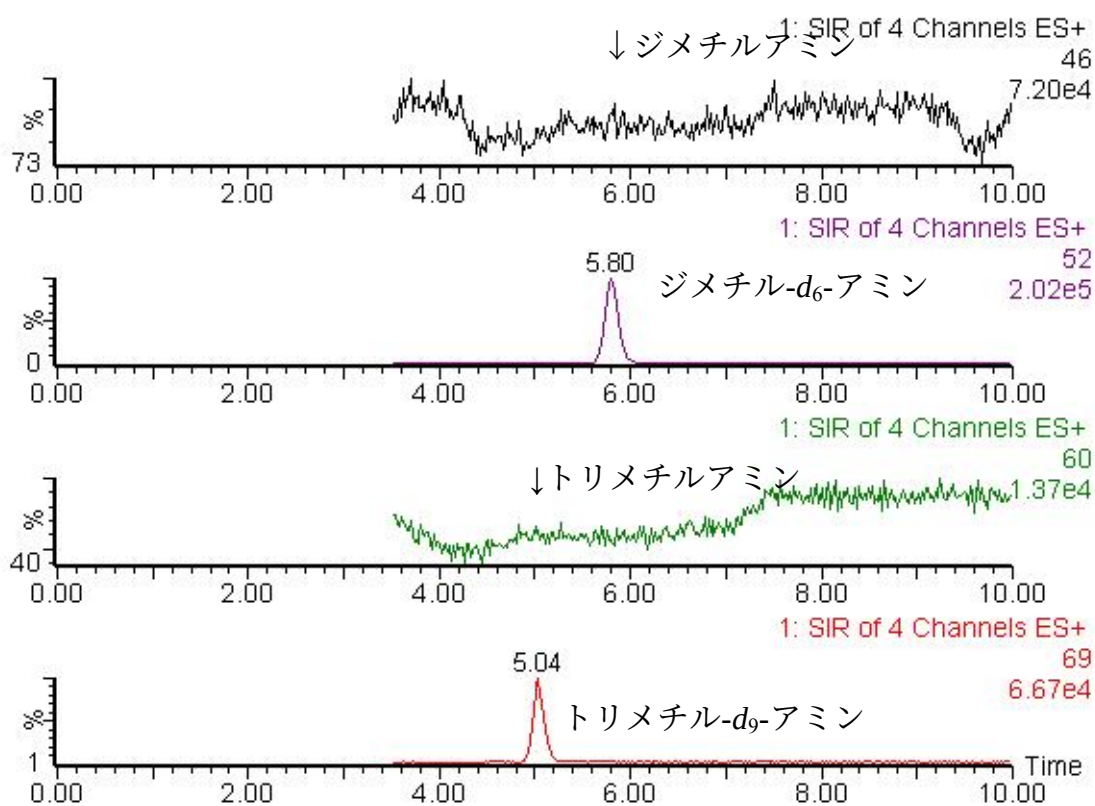


図 8 操作ブランクのクロマトグラム

〔添加回収試験〕

河川水(新湊川)、海水(神戸港中央)への標準物質添加回収試験結果を表 8、添加試料(河川水)及び無添加試料(河川水)のクロマトグラムを図9及び図10に示す。

表 8 添加回収試験結果

物質名	試料	試料量 (L)	添加量 (μg)	最終液量 (mL)	検体数	検出濃度 ($\mu\text{g/L}$)	回収率 (%)	変動係数 (%)	ゲート	
									回収率 (%)	回収率の変動係数 (%)
ジメチルアミン	河川水	0.0250	無添加	25.0	2	0.75 >	-	-	86	-
		0.0250	0.100	25.0	7	4.0	101	4.6	93	3.6
		0.0250	0.600	25.0	5	24.7	103	1.6	92	5.8
	海水	0.0250	無添加	25.0	2	0.75 >	-	-	91	-
		0.0250	0.100	25.0	7	3.9	97	4.2	90	4.0
		0.0250	0.600	25.0	5	24.6	102	2.0	90	1.8
トリメチルアミン	河川水	0.0250	無添加	25.0	2	1.2 >	-	-	97	-
		0.0250	0.300	25.0	7	12.0	100	3.3	100	2.9
		0.0250	1.80	25.0	5	73.5	102	1.4	97	4.1
	海水	0.0250	無添加	25.0	2	1.2 >	-	-	101	-
		0.0250	0.300	25.0	7	11.9	100	2.7	101	6.0
		0.0250	1.80	25.0	5	71.7	100	2.0	97	3.1

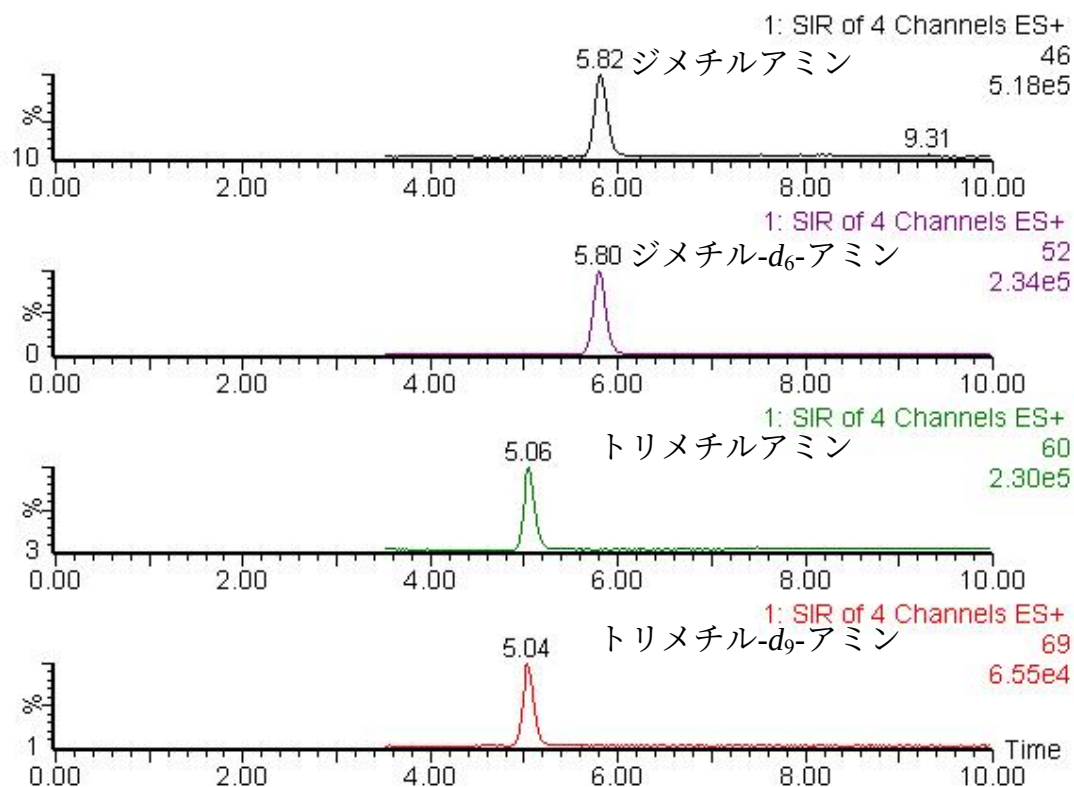


図 9 添加回収試験試料(河川水)のクロマトグラム
(添加量 ジメチルアミン 0.600 μg 、トリメチルアミン 1.80 μg)

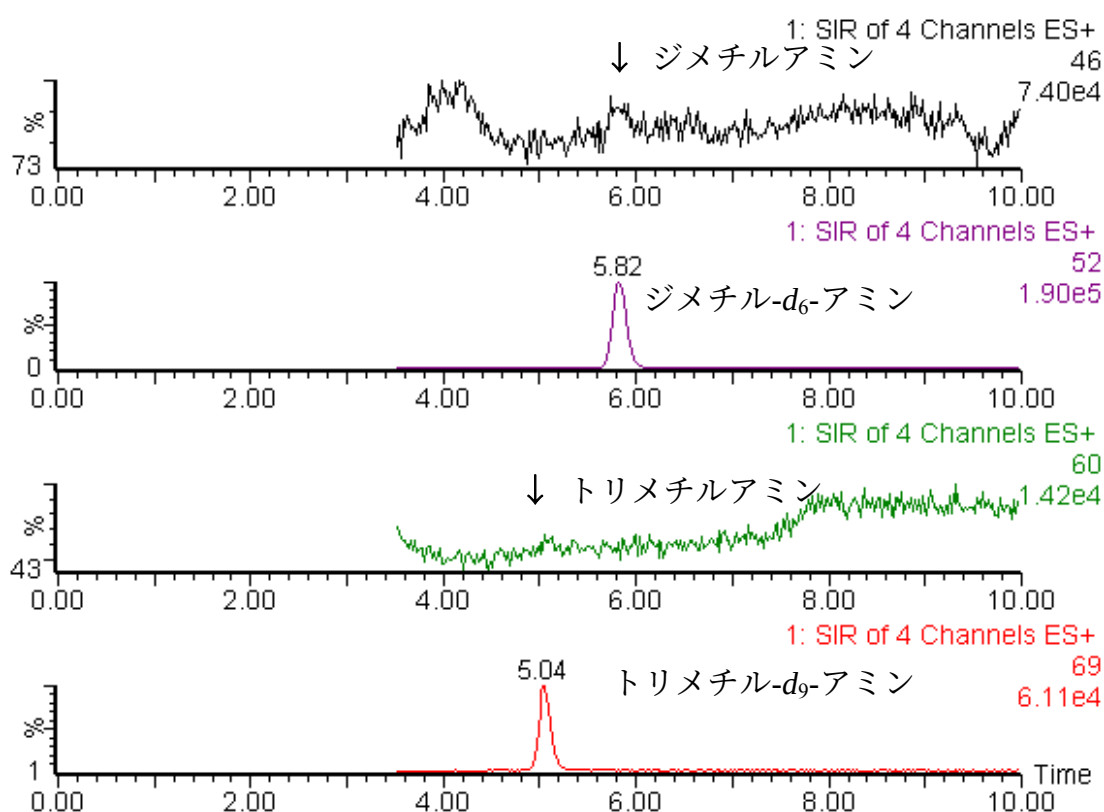


図 10 無添加試料（河川水）のクロマトグラム

〔分解性スクリーニング試験〕

分解性スクリーニング試験の結果を表 9 に示す。

表 9 分解性スクリーニング試験結果

物質名	pH	初期濃度 (ng/mL)	1 時間後の 残存率 (%)	7 日後の残存率 (%)	
				暗所	明所
ジメチルアミン	5	10.0	95	99	-
	7	10.0	100	95	98
	9	10.0	96	98	-
トリメチルアミン	5	10.0	94	94	-
	7	10.0	98	93	96
	9	10.0	95	93	-

〔保存性試験〕

試料、捕集液及び標準液の保存性試験を表 10 に示した。

試料については【試料の採取及び保存】に示したように、ジメチルアミン及

びトリメチルアミンを添加した水質試料 100 mL につき 1 mol/L 塩酸を 0.5 mL 加え、冷蔵保存した後の濃度を測定した。

捕集液については、添加回収試験から得られた捕集液を冷蔵保存し、14 日後に測定した。

標準液については検量線用標準液を冷蔵保存し、1 ヶ月後に測定した。

表 10 保存性試験結果

物質名	試料名	初期濃度 (ng/mL)	残存率(%)		
			7 日間	14 日間	1 ヶ月
ジメチルアミン	河川水	試料	4.0	104	-
		捕集液	4.0	-	108
	海水	試料	4.0	103	-
		捕集液	4.0	-	106
	標準液	MDL の 10 倍程度	4.0	-	-
		検量線の最高濃度	300	-	94
トリメチルアミン	河川水	試料	12.0	101	-
		捕集液	12.0	-	107
	海水	試料	12.0	95	-
		捕集液	12.0	-	107
	標準液	MDL の 10 倍程度	12.0	-	-
		検量線の最高濃度	900	-	98

〔環境試料の分析例〕

本法を用いて、神戸市内の河川水（新湊川）及び海水（神戸港）を測定した結果、海水中のトリメチルアミンはMDL (1.2 µg/L) 未満～7.6 µg/Lであったが、その他はすべてMDL（ジメチルアミン 0.75 µg/L、トリメチルアミン 1.2 µg/L（未満であった（図 10 及び図 11）。

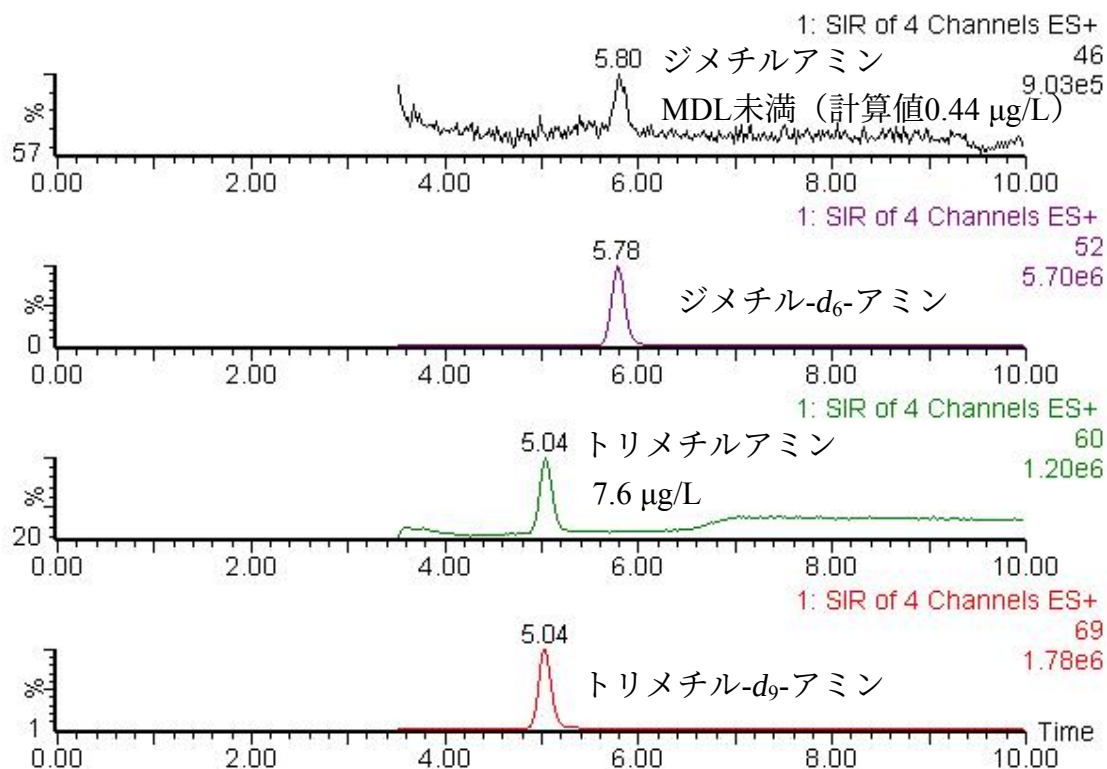


図 11 環境試料（海水）のクロマトグラム

〔インピンジャーを用いたパージ&トラップでの時間-回収率曲線〕

河川水 25 mL にジメチルアミン 25 μg 及びトリメチルアミン 75 μg を加え、【試料の前処理及び試験液の調製】に従い、インピンジャーを用いたパージ&トラップ操作を行い、10 分毎に分取して定量することにより得られた、時間-回収率曲線を図 12 に示す。

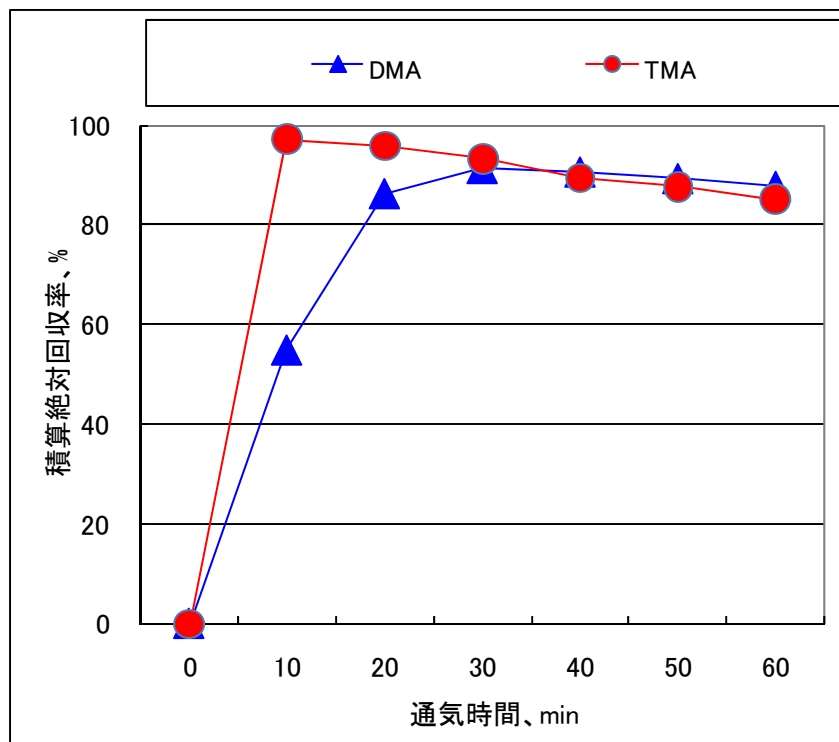


図 12 インピンジャーを用いたパージ&トラップでの時間-回収率曲線

【評価】

本法で用いたLC/MSでのIDLはジメチルアミン、トリメチルアミンの順に0.74、1.1 ng/mL 性（試料換算濃度0.74及び1.1 µg/L）であり、3.00～300 ng/mL、9.00～900 ng/mLの範囲で直線性 ($r^2 > 0.99$) が確認された。インピンジャーを用いたページ&トラップ法による前処理を行う本法のMDL及びMQLはジメチルアミン、トリメチルアミンの順に0.75、1.9 µg/L及び1.2、3.2 µg/Lであった。河川水及び海水25 mLに対象物質をそれぞれ0.100～1.80 µg添加した時の回収率は97から103%、サロゲートの回収率の変動係数は6.0%未満であった。本法で神戸市内河川及び神戸沿岸海域の海水を測定したところ、ジメチルアミンはすべて0.75 µg/L 未満、トリメチルアミンは1.2 µg/L 未満～7.6 µg/Lであった。以上の結果から、水質試料中に含まれる1 µg/L オーダーのジメチルアミン、トリメチルアミンの検出に適用できるものと判断される。

【参考文献】

- (1) 環境庁環境保健部保健調査室：昭和 60 年度化学物質分析法開発調査報告書，97-102 (1985)
(メチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、大阪市環境科学研究所)

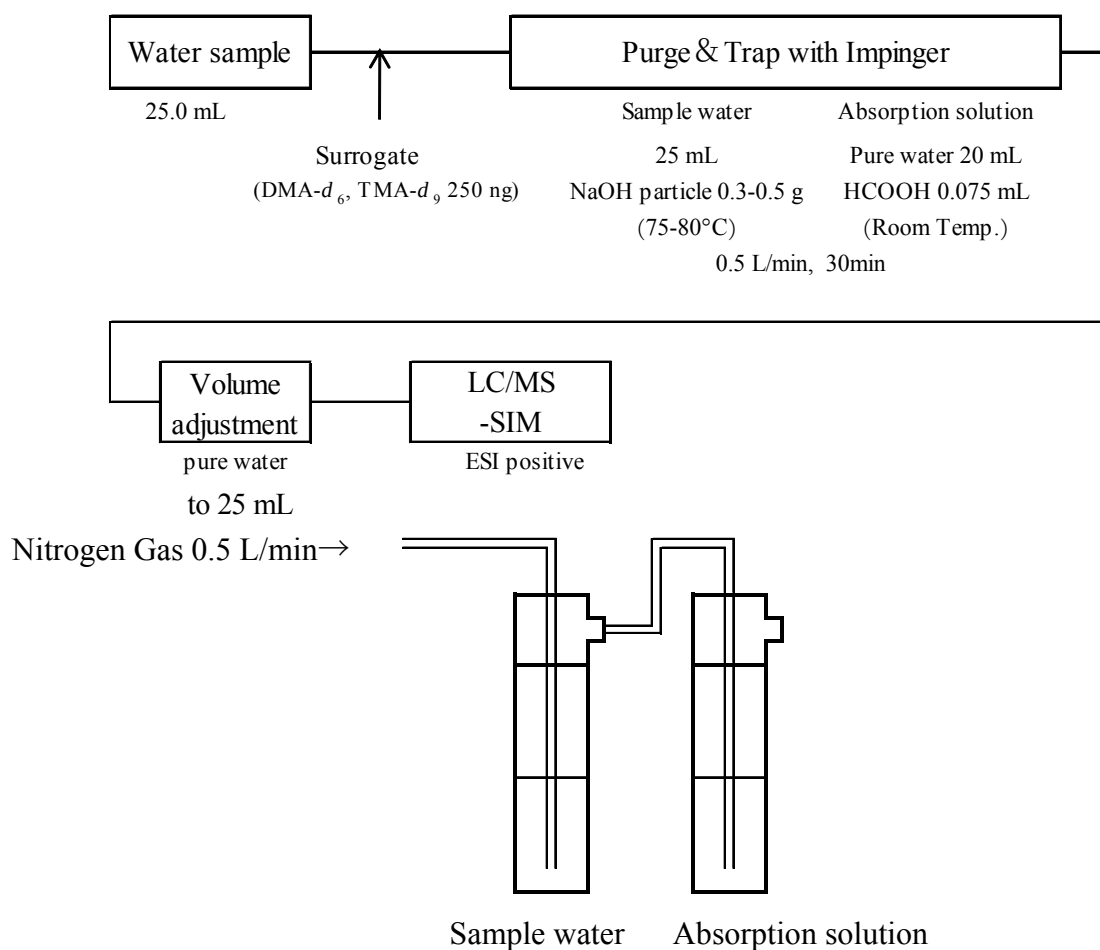
【担当者連絡先】

所属先名称 : 神戸市環境保健研究所
所属先住所 : 〒650-0046 神戸市中央区港島中町 4-6
TEL : 078-302-6302 FAX : 078-302-6302
担当者名 : 八木 正博、山路 章
E-mail : masahiro_yagi@office.city.kobe.lg.jp
akira_yamaji@office.city.kobe.lg.jp

Dimethylamine

Trimethylamine

This method has developed for determination of Dimethylamine and Trimethylamine in water samples by liquid chromatography mass spectrometry(LC/MS). After 250 μL of Dimethyl- d_6 -amine and Trimethyl- d_9 -amine (surrogate, 1 ng/ μL) is spiked into 25 mL of water sample, the sample is purified using purge & trap equipment with impinger. And the trap solution is analyzed by LC/MS-SIM (ESI positive). Method detection limits (MDL) of Dimethylamine and Trimethylamine in water samples are 0.75 and 1.2 $\mu\text{g/L}$, respectively. The average percent recoveries (and percent relative standard deviations) of Dimethylamine in river and sea water spiked with 600 ng of Dimethylamine are 103(1.6) and 102(2.0) %, respectively. The average percent recoveries (and percent relative standard deviations) of Trimethylamine in river and sea water spiked with 1800 ng of Trimethylamine are 102(1.4) and 100(2.0) %, respectively. Dinethylamine was not detected, 7.6 $\mu\text{g/L}$ of Trimethylamine was detected in sea water (Kobe) by the method.



物質名	分析法フローチャート	備考
[1]ジメチルアミン [2]トリメチルアミン	水試料 25.0 mL パージ剤添加 (DMA-d_6, TMA-d_9, 250 ng) インピンジャーを用いたパージ&トラップ 試料 捕集液 ろ過した試料 25 mL 精製水 20 mL NaOH粒 0.3-0.5 g 醋酸 0.075 mL (加温 75-80°C) (室温) 0.5 L/min、30分間通気 定容 精製水 25 mL LC/MS-SIM ESI positive シリコンチューブ ⇒ 窒素ガス 流量調節器 0.5 L/min テフロン製インピンジャー A 試料 環境水、25 mL + NaOH、1粒(約0.3-0.5 g) 加温 (75-80°C) (ウォーターバスを用いて) テフロン製インピンジャー B 捕集液 精製水、20 mL + 醋酸、0.075 mL 室温 インピンジャーを用いたパージ&トラップ装置 (テフロン製)	分析原理: LC/MS-SIM ESI-ポジティブ 検出下限値: 【水質】 (μg/L) [1] 0.75 [2] 1.2 分析条件: 機器 LC: waters 2695 MS: waters Quattro micro API カラム ZIC pHILIC 150 mm × 2.1 mm, 5 μm